

10/501950

DT09 Rec'd PCT/PTO 21 JUL 2004

TRANSLATION OF PERTINENT PORTIONS OF
FINNISH PATENT 61033, PUBLISHED JANUARY 29, 1982

Last line of page 2 to 16th line of page 3:

In a method according to the invention, cellulose is heated in the presence of urea in a medium where urea is substantially insoluble. At elevated temperature, urea melts and is absorbed immediately into cellulose fibers. This can also be observed by the fact that the cellulose fibers swell strongly, if the amount of urea is suitable. The reactions take place in the method according to the invention mostly inside the cellulose fibers. In this case, harmful migration of urea does not occur. Consequently, the product obtained is homogeneous and it has good solubility in alkali. Further, the medium prevents the isocyanic acid produced by the decomposition of urea from trimerizing to isocyanuric acid.

A hydrocarbon in which urea is substantially insoluble and whose boiling point is preferably higher than the reaction temperature is selected as the medium. The decomposition of urea to isocyanic acid takes place at a suitable rate between 130–150°C. Suitable media to be used in the method of the invention are, for example, relatively high-boiling aromatic hydrocarbons which do not dissolve urea. Xylene has proved to be a very suitable medium, but other hydrocarbons fulfilling the requirements can, of course, be used as well.

Page 4, 2nd paragraph:

The addition of urea to cellulose can take place in a variety of ways in the method of the invention. Most preferably, the cellulose is first suspended in the hydrocarbon medium used, and the urea is added to this mixture either as powder or melt. A suitable liquid amount is 10 to 30-fold compared with the cellulose. Together with urea, sodium carbonate or other employed salt can be added in powder form or dissolved in melted urea. The salt can also be added first to the medium used and the urea can be added thereafter in the above-mentioned way.

Page 5, two first paragraphs of Example 1

Example 1

Derivative cellulose, which has been split up with the aid of alkali to DP level 413, was neutralized with acetic acid and washed with water as described previously. 20 G of cellulose so treated was impregnated with a 10 % KOCN solution and pressed to a pressing ratio of 2.5. Thereafter, the cellulose was shredded and allowed to dry at ambient temperature to air dry. The KOCN content of cellulose was then 23.6 %.

The cellulose so treated was disintegrated in a Warring Blender dry disintegrator and suspended in 600 g of xylene. The temperature of the suspension in the reaction vessel was raised to 135°C using an oil bath. About 100 ml of water-xylene-mixture was distilled out of the mixture in reduced pressure.



[B] (11) KUULUTUSJULKAISU 61033
UTLÄGGNINGSSKRIFT

(45)

C Patentti myönnetty 10 05 1982

(51) Kv.lk./Mst. Patentimäärä C 08 B 15/06

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus — Patentansökan	793226
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	17.10.79
(23) Alkuperä — Giltighetsdag	17.10.79
(41) Tulut julkisakal — Blivt offentlig	18.04.81
(44) Nähtävöskäpänön ja kuuljulkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utskriften publicerad	29.01.82
(32)(33)(31) Pyydety etuolkeus — Begärd prioritet	

- (71) Neste Oy, Keilaniemi, 02150 Espoo 15, Suomi-Finland(FI)
 (72) Kurt Ekman, Porvoo, Jouko Huttunen, Porvoo, Olli Turunen,
 Porvoo, Suomi-Finland(FI)
 (74) Forssén & Salomaa Oy
 (54) Menetelmä alkaliliukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi -
 Förfarande för framställning av alkalilöslig cellulosaförening

Keksintö koskee menetelmää alkaliliukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi. Erikoisesti keksintö koskee menetelmää sellaisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi, joka voidaan regeneroida alkaliliuoksesta selluloosakalvon tai -kuidun muodossa.

Valmistettaessa regeneroitua selluloosaa käytetään selluloosan liuottamiseen yleisimmin ns. viskoosimenetelmää, jossa ensin valmistetaan alkaliselluloosaa, joka saatetaan reagoimaan rikkihiilen kanssa selluloosaksantogenaatin muodostamiseksi. Selluloosaksantogenaatti voidaan liuottaa alkaliliuokseen ja regeneroida saostamalla selluloosakalvona tai -kuituna. Menetelmässä käytettävä rikkihiili on erittäin myrkyllinen aine. Sen tilalle on yritetty löytää korvaavaa kemikaalia, jonka käyttö olisi riittävän taloudellista eikä aiheuttaisi samanlaisia ympäristöhaittoja kuin rikkihiili. Tässä ei toistaiseksi ole onnistuttu.

Keksinnön tarkoituksena on aikaansaada menetelmä alkaliliukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi, joka voidaan regeneroida alkaliliuoksesta selluloosakalvon tai -kuidun muodossa tunnetulla viskoosimenetelmällä saadun tuotteen tavoin. Keksinnön toisena tarkoituksena on aikaansaada sellainen menetelmä liukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi, jossa ei tarvitse käyttää rikkihiiltä tai muita ympäristölle yhtä haitallisia kemikaaleja.

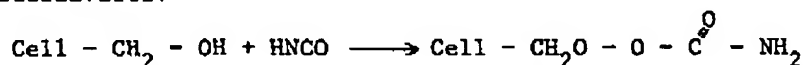
61033

2

Keksinnön mukainen menetelmä alkaliliukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi on tunnettu siitä, että selluloosaa kuumennetaan urean läsnäollessa nestemäisessä hiilivedyssä, joka sisältää yhtä tai useampaa seuraavista suoloista: natriumkarbonaatti, kaliumkarbonaatti, natriumsyanaatti, kaliumsyanaatti, ja johon urea on oleellisesti liukenematon.

Selluloosajohdannaisten valmistus urean avulla on aikaisemmin tunnettua. US-patentin 2.134.825 mukaan esitetään menetelmä liukoisen selluloosajohdannaisen valmistamiseksi selluloosasta ja ureasta. Menetelmässä selluloosakuituja imeytetään urean vesiliuoksella, vesi poistetaan haihduttamalla ja selluloosaa kuumennetaan selluloosan ja urean välisen reaktion aikaansaamiseksi.

Kun ureaa kuumennetaan sulamispisteeseen tai korkeampaan lämpötilaan, se alkaa hajota isosyaanihapoksi ja ammoniakiksi. Isosyaanihappo ei sellaisenaan ole kovin pysyvä yhdiste, vaan pyrkii trimeroitumaan isosyanuurihapoksi. Edelleen isosyaanihappo pyrkii reagoimaan myös urean kanssa, jolloin muodostuu biureayhdisteitä. Isosyaanihappo reagoi myös selluloosan kanssa muodostaen alkaliin liukoisen selluloosayhdisteen, jota nimitetään selluloosakarbamaatiksi. Reaktio voidaan esittää seuraavasti:



Edellä mainitun US-patentin 2.134.825 mukaiselle menetelmälle on oleellista, että urea saatetaan selluloosaan liuoksen, sopivimmin NaOH-liuoksen muodossa ja että varsinainen reaktio tapahtuu liuottimen tai veden poistamisen jälkeen kuivassa faasissa. Toinen vähemmän suositeltava vaihtoehto on urean lisääminen selluloosaan sulatteena ja reaktion suorittaminen sulassa faasissa.

US-patentin 2.134.825 mukaan valmistettu tuote on ainoastaan osittain alkaliliukoista. Liuokset sisältävät huomattavia määriä liukenemattomia kuituosia, jotka vaikeuttavat suodatusta ja estävät kuitujen kehräämisen riittävän pienireikäisten suuttimien läpi. Liukoisuutta on patentin mukaan pyritty parantamaan lisäämällä natriumhydroksidiliuokseen sinkkisuoloja. Huono liukoisuus johtuu todennäköisesti reaktion suorittamisesta kuivassa faasissa. Kun kuiduista haihdutetaan vesi pois urea jakautuu epätasaisesti kuituihin pyrkien kulkeutumaan selluloosakakun reunasiin. Tästä johtuen lopputuote on epähomogeenista. Lisäksi kun urean liuottimena on käytetty natriumhydroksidin vesiliuosta, aiheuttaa kuituihin haihdutuksen jälkeen jäävä natriumhydroksidi selluloosan polymeraatioasteen voimakasta alenemista, mikä on lopputuotteen laadun kannalta epäsuotavaa.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä selluloosaa kuumennetaan urean läsnäollessa

väliaineessa, johon urea on oleellisesti liukenematonta. Korotetussa lämpötilassa urea sulaa ja imeytyy välittömästi selluloosakuitujen sisään. Tämä havaitaan myös siitä, että selluloosakuidut turpoavat voimakkaasti, mikäli urean määrä on sopiva. Reaktiot tapahtuvat keksinnön mukaisessa menetelmässä suurimmaksi osaksi selluloosakuitujen sisällä. Tällöin haitallista urean kulkeutumista ei tapahdu. Tästä syystä syntyvä tuote on homogeenista ja sen liukoisuus alkaliin hyvä. Edelleen väliaine estää urean hajotessa syntyvää isosyaanihappoa trimeroitumsta isosyanaurihapoksi.

Väliaineeksi, jossa selluloosaa keksinnön mukaisesti kuumennetaan urean läsnäollessa, valitaan sellainen hiilivety, johon urea on oleellisesti liukenematon ja jonka kiehumispiste on mieluiten korkeampi kuin reaktiossa käytettävä lämpötila. Urean hajoaminen isosyaanihapoksi tapahtuu sopivalla nopeudella välillä 130-150°C. Sopivia väliaineita keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettäviksi ovat mm. suhteellisen korkealla kiehuvat aromaattiset hiilivedyt, jotka eivät liuota ureaa. Ksyleeni on osoittanut erittäin sopivaksi väliaineeksi, mutta luonnollisesti voidaan muitakin vaatimukset täyttäviä hiilivetyjä käyttää.

On havaittu, että keksinnön mukaisessa menetelmässä syntyvän selluloosayhdisteen ominaisuudet paranevat, jos reaktiossa käytetään tiettyjä suoloja, kuten natrium- tai kaliumkarbonaattia tai natrium- ja kaliumsyanaattia. Suolan vaikutusmekanismia ei tarkoin tunneta, mutta on mahdollista, että ko. suolojen liuotessa sulaan ureaan urea pääsee paremmin tunkeutumaan selluloosan ts. turvottamaan selluloosaa. Tällöin urean hajotessa muodostuvalla isosyaanihapolla on suuremmat mahdollisuudet reagoida tasaisemmin selluloosan hydroksyylien kanssa. Samoin jos selluloosa on ennen reaktiota imeytetty suola- tai alkaliliuoksella, selluloosa pysyy turvonneessa tilassa, joten urea pääsee tunkeutumaan selluloosaan. Suolan määrä voi vaihdella huomattavasti, mutta sopivaksi ylärajaksi on havaittu enintään urean määrää vastaava ekvivalentti määrä suolaa. Suola voidaan lisätä selluloosan ja liuottimen muodostamaan suspensioon yksinään ennen urean lisäämistä tai yhdessä urean kanssa jauheena tai sulana.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävä selluloosalähtöaine voi olla puu-selluloosaa tai puuvillaa tai muita selluloosaa sisältäviä luonnon ja keinokuituja. Selluloosa voi olla sellaisenaan tai sitten valkaistuna, selluloosahydraattina, alkaliselluloosana tai muulla tavoin, esimerkiksi hapoilla käsitellyssä muodossa. Edelleen voi käytettävä selluloosa olla kuitujen, lankojen, kankaiden, kalvojen, arkkiä ym. muodossa.

Käytettävään selluloosan polymeraatioasteella on lopputuotteen viskositeetin kannalta tärkeä merkitys. Jos lähtöaineena on tavallinen puuselluloosa tai puuvilla, niin saadun liukoisen lopputuotteen viskositeetti on korkea ja siitä johtuen saadaan liuoksia, joiden selluloosapitoisuus on jätettävä suhteellisen alhaiseksi. Käytettäessä selluloosaa, jonka polymeraatioastetta on jonkin verran alennettu, voidaan valmistaa liuoksia, joiden selluloosapitoisuus on vastaavasti korkeampi. Lähtöaineena käytettävään selluloosan polymeraatioastetta voidaan säätää esimerkiksi käsittelemällä halutun pituinen aika 18 % natriumhydroksidiliuoksessa. Ilman vaikutuksesta tapahtuu selluloosan depolymeroitumista, joka voidaan halutussa depolymeratioasteessa keskeyttää pesemällä vedellä ja kuivaamalla. Tällä tavalla käsitelty ja kuivahajotettu selluloosa on erittäin sopivaa käytettäväksi keksinnön mukaisessa menetelmässä lähtöaineena.

Urean lisääminen selluloosaan voi keksinnön mukaisessa menetelmässä tapahtua eri tavoin. Sopivimmin selluloosa lietetään ensin käytettyyn hiilivetyväliaineeseen ja tähän seokseen lisätään urea joko jauheena tai sulatteena. Sopiva nestemäärä on 10-30-kertainen selluloosaan verrattuna. Urean mukana voidaan lisätä myös natriumkarbonaattia tai muu käytettävä suola jauheena tai liuotettuna sulaan ureaan. Suola voidaan myös lisätä ensin käytettyyn väliaineeseen ja sen jälkeen lisätä urea edellä mainitulla tavalla.

Keksintöä kuvataan lähemmin oheisissa esimerkeissä. Lähtöaineena esimerkeissä käytettiin depolymeroitua ja kuivahajotettua sellua, joka valmistettiin viskoosin valmistukseen tarkoitettusta liukosellusta, jonka DP oli noin 700 ja alfaselluloosapitoisuus 94 %.

Selluloosa-arkit imeytettiin 18-prosenttisella NaOH-liuoksella. Arkeista puristettiin pois lipeäliuosta, kunnes niiden paino oli 3,5-kertainen kuivan selluloosan painoon verrattuna. Näin saatu alkaaliselluloosa kuivahajotettiin potkurisekoittajalla ja sijoitettiin suljettuun pulloon.

Selluloosa depolymeroitui ilman hapen vaikutuksesta 30°C:n lämpötilassa. Depolymerointiaika säädettiin niin, että selluloosan DP käsittelyn jälkeen oli tasolla 450. Tähän tarvittava aika oli noin 17 tuntia. Sen jälkeen suoritettiin neutralointi etikkahapolla, pesu vedellä ja kuivaus tyhjiössä 60-70°C:ssa. Näin saatua depolymeroitua selluloosaa käytettiin lähtöaineena esimerkeissä.

Selluloosakuituja ja kalvoja valmistettaessa eräs tärkeimmistä ominaisuuksista on selluloosaliuoksen suodatettavuus. Suodatettavuus, jota tässä kuvataan ns. tukkeutumisluvulla, määritettiin menetelmällä, joka on esitetty artikkelissa H. Sihtola, Paperi ja Puu 44 (1962):5, s. 295-300. Menetelmässä käytetään pienoissuodatinta,

jonka tehollinen pinta-ala on $3,8 \text{ cm}^2$ ja suodattimateriaalina paperi Machevey-Nagel MN 616. Suodatettavuus lasketaan kaavalla:

$$K_{W20,60} = \frac{1}{2} \cdot 10^4 \left(\frac{P_{60}}{P_{20}} - \frac{20}{P_{20}} \right), \text{ missä}$$

P_{20} = 20 minuutissa suodattimen läpi tullut selluloosaliuosmäärä (g)

P_{60} = 60 minuutissa suodattimen läpi tullut selluloosaliuosmäärä (g)

$K_{W20,60}$ = tukkeutumisluku

Esimerkki 1

Johdannaiselluloosaa, joka oli pilkottu alkalien avulla DP-tasolle 413 neutraloitiin etikkahapolla ja pestiin vedellä kuten aikaisemmin on kuvattu. 20 g näin käsiteltyä selluloosaa imeytettiin 10 % KOON-liuoksella ja puristettiin puristussuhteeseen 2,5. Sen jälkeen selluloosa revittiin ja sen annettiin kuivua huoneenlämpötilassa ilma-kuivaksi. Selluloosan KOON-pitoisuus oli tällöin 23,6 %.

Täten käsitelty selluloosa hajotettiin Warring-Blender-kuivahajottimella ja suspendoitiin 600 g:aan ksyleeniä. Suspension lämpötila nostettiin reaktioastiassa 135°C :een öljyhautteella. Seoksesta tislattiin pois vesi-ksyleeniseosta noin 100 ml käyttäen alennettua painetta.

Reaktioastia varustettiin pystyjähdyttäjällä ja lisättiin 18 g ureaa, jolloin lämpötila laski muutamia asteita. Jähdyttäjän kautta alkoi poistua ammoniakkia ja samalla lämpötila nousi takaisin 135°C :een. Kuumennusta jatkettiin 3 tunnin ajan. Reaktioseos suodatettiin, kuitumainen rakeinen aine pestiin 3 kertaa vedellä, 3 kertaa metanolilla ja uudelleen 3 kertaa vedellä 60°C :ssa. Tuote kuivattiin ilma-kuivaksi ja analysoitiin. Sen DP oli 344 ja typpipitoisuus 3,5 %. Tuote liuotettiin 10-prosenttiseen NaOH-liuokseen -5°C :n lämpötilassa. Liuoksen kuulaviskositeetti pyrittiin säätämään noin 50 sekunniksi. Liuoksesta saatiin tukkeutumisluvuksi 2470 edellä olevalla menetelmällä. Selluloosapitoisuus oli 5,9 %.

Orgaaniset karbamaatit ovat kestäviä hapanta hydrolyysia vastaan, mutta hajoavat helposti alkalissa keitetessä. Samoin keksinnön mukaisella menetelmällä saatu tuote ei hajoa keitetessä laimeissa hapoissa, mutta sen sijaan laimeassa natriumhydroksidissa se hajoaa selluloosaksi, natriumkarbonaatiksi ja natriumsyanaatiksi, jotka voidaan todeta titraamalla. Tällä perusteella lasketun typpimäärän havaittiin vastaavan läheisesti teoreettista karbamaattiryhmissä olevan tyypin määrää. Myös IR-spektrissä havaittiin adsorptio likimain samalla kohdalla kuin orgaanisil-

la karbamaateilla, mikä osoittaa, että kysymyksessä on karbamaattiyhdiste.

Esimerkki 2

Suoritettiin vertailukoe käyttäen US-patentin 2.134.825 mukaista menetelmää urea-selluloosayhdisteen valmistamiseksi. Imeytettiin 24,3 g edellä kuvatulla tavalla depolymeroitua selluloosaa liuoksella, jossa oli 25 % ureaa, 5 % natriumkarbonaattia ja loput vettä. Seos suodatettiin ja puristettiin 618, g:n painoon ja siirrettiin lämpökaappiin 130°C:n lämpötilaan 2,5 tunnin ajaksi.

Liuotuskokeita tehtiin keski- ja reunaosista otetuille näytteille, jotka oli pesetty esimerkin 1 mukaisella tavalla. Näytteitä yritettiin liuottaa 10 % NaOH-liuokseen. Silmäämääräisesti näytti siltä, että tuote liukeni, mutta mikroskooppitarkastelu osoitti, että sekä keski- että reunaosista otetuista näytteistä jäi suuri määrä liukenemattomia kuituja. Tästä syystä tukkeutumislukua ei voitu edes määrittää. Typpianalyysi antoi 10,2 % typpeä reunaosissa ja 7,5 % sisäosassa.

Edellä oleva osoittaa, että tällä menetelmällä saatu tuote on epähomogeenista ja vain osittain liukenevaa. Tukkeutumisluvun perusteella arvioiden liuosten suodatettavuus on niin huono, että kuitujen kehräys liuoksista ei ole käytännössä mahdollista.

Esimerkit 3-5

Esimerkin 1 mukaisella tavalla suoritettiin kokeita, joissa lähtöaineselluloosaa imeytettiin eri väkevyisillä KOCN-liuoksilla ja annettiin kuivua huoneenlämpötilassa ilmakeivaksi. Jatko tapahtui samalla tavalla kuin esimerkissä 1. Tulokset samoin kuin käytetyt reaktio-olosuhteet ilmenevät taulukosta 1.

Esimerkit 7-9

Esimerkin 1 mukaisella tavalla suoritettiin joukko kokeita, joissa selluloosalähtöainetta imeytettiin 5 %:lla Na-karbonaattiliuoksella, 10 %:lla natriumsyanaattiliuoksella ja 5 %:lla kaliumkarbonaattiliuoksella. Jatkokäsittely suoritettiin kuten esimerkissä 1. Tulokset samoin kuin käytetyt olosuhteet on esitetty taulukossa 1.

TAULUKKO 1

Esim.	Suola	Väkevyy- s %	Urea/ sellu	Typpi- %	DP	Liutuskokeen		
						Sellupit. %	Viskosi- teetti (s)	Tukkeu- tumis- luku
3	KOCN	5	3	4,8	346	5,8	48	1378
4	"	2,5	3	4,5	333	5,7	47	1768
5	"	2,5	3	4,5	371	5,7	56	2160
6	"	1	2,5	3,3	380	5,0	53	11301
7	Na ₂ CO ₃	5	4,5	3,9	372	5,6	46	3820
8	NaOCN	10	3	3,4	316	5,8	35	3620
9	K ₂ CO ₃	5	4,5	4,1	380	5,8	51	7250

Esimerkit 10-13

Esimerkin 1 mukaisella tavalla suoritettiin joukko kokeita, joissa selluloosalähtö-
ainetta ei imeytetty suolaliuoksella vaan suola lisättiin jauheena urean lisäyk-
sen yhteydessä. Jatkokäsittely suoritettiin kuten esimerkissä 1. Tulokset samoin
kuin käytetyt olosuhteet on esitetty taulukossa 2.

TAULUKKO 2

Esim.	Suola	% sellu- loosasta	Urea/ sellu	Typpi- %	DP	Liutuskokeen		
						Sellupit. %	Viskosi- teetti (s)	Tukkeutu- misluku
10	KOCN	10	2	3,8	358	5,7	43	5600
11	"	7,4	3	4,0	328	5,6	32	13700
12	NaOCN	50	3	3,5	322	5,5	48	18000
13	Na ₂ CO ₃	25	3	3,8	360	5,4	51	4000

Esimerkit 14-16

Sulasta urasta tehtiin suolan kanssa sulate, joka lisättiin esimerkkien 10-13 mukaisella tavalla selluloosalähtöaineeseen. Jatkokäsittely kuten edellä. Tulokset taulukossa 3.

TAULUKKO 3

Esim.	Suola	% selluloosasta	Urea/sellu	Typpi %	DP	Liutuskokeen		
						Sellupit. %	Viskositeetti (s)	Tukkeutumisluku
14	KOCN	30	3	3,8	346	5,8	57	15000
15	"	15	1,6	4,0	377	5,7	55	13700
16	Na ₂ CO ₃	25	4,5	4,0	331	5,7	46	18700

Esimerkit 17-19

Kuivahajotettu valkaistu sulfaattimassa (DP = 750) suspendoitiin 600 g:aan ksyleeniä, lämmitettiin 136°C:een ja lisättiin sitten yhdessä jauhettuna 24 g ureaa ja 20 g suolaa. Jatkokäsittelyt kuten esimerkissä 1. Tulokset samoin kuin käytetyt olosuhteet taulukossa 4.

TAULUKKO 4

Esim.	Suola	Typpi %	DP	Liutuskokeen		
				Sellupit. %	Viskositeetti (s)	Tukkeutumisluku
17	KOCN	3,1	643	3,06	53,4	6690
18	NaOCN	2,6	652	3,03	46,8	9010
19	Na ₂ CO ₃	2,4	660	3,18	53,5	12220

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä alkaliliukoisen selluloosayhdisteen valmistamiseksi, t u n n e t t u siitä, että selluloosaa kuumennetaan urean läsnä ollessa nestemäisessä hiilivedyssä, joka sisältää yhtä tai useampaa seuraavista suoloista: natriumkarbonaatti, kaliumkarbonaatti, natriumsyanaatti, kaliumsyanaatti, ja johon urea on oleellisesti liukenematon.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että nestemäinen hiilivety on ksyleeni.
3. Patenttivaatimuksien 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että selluloosan kuumentaminen suoritetaan 130-150°C:ssa, mieluummin 132-136°C:ssa.
4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ureaa lisätään selluloosan ja nestemäisen hiilivedyn seokseen jauheena urean imeyttämiseksi selluloosaan.
5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että urean mukana lisätään enintään ekvivalenttimäärä yhtä tai useampaa seuraavista suoloista: natrium- ja kaliumkarbonaatti sekä natrium- ja kaliumsyanaatti.
6. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että urea lisätään selluloosan ja nestemäisen hiilivedyn seokseen sulana.

Patentkrav

1. Förfarande för framställning av en alkalilöslig cellulosaförening, k ä n n e t e c k n a t därav, att cellulosan upphettas i närvaro av urea i ett flytande kolväte, vilket innehåller en eller flera av följande salter: natriumkarbonat, kaliumkarbonat, natriumcyanat, kaliumcyanat och i vilket urean är väsentligen olöslig.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det flytande kolvätet är xylene.
3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att upphettandet av cellulosan utförs i 130-150°C, hellre i 132-136°C.
4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att urean tillsätts i form av ett pulver i en blandning av cellulosan och det flytande kolvätet för uppsugning av urean i cellulosan.
5. Förfarande enligt patentkravet 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att tillsammans med urean tillsätts högst en ekvivalent mängd av en eller flera av följande salter: natrium- och kaliumkarbonat samt natrium- och kaliumcyanat.
6. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att urean tillsätts i blandningen av cellulosan och det flytande kolvätet i smält form.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 4 145 532 (C 08 B 16/00).